

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до лабораторних робіт з дисципліни
**«СПЕЦІАЛЬНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ У ТЕХНОЛОГІЇ НЕОРГАНІЧНИХ
РЕЧОВИН»**

для студентів спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія»
усіх форм навчання

Затверджено
редакційно-видавничою
радою університету,
протокол № 01 від 16.01.2019 р.

Харків
НТУ «ХПІ»
2019

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Спеціальні методи аналізу у технології неорганічних речовин» для студентів спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» усіх форм навчання / уклад. С.І. Авіна, Д.М. Дейнека, О.В. Кобзєв. – Харків : НТУ «ХП», 2019. – 24 с.

Укладачі: С.І. Авіна
Д.М. Дейнека
О.В. Кобзєв

Рецензент Я.М. Пітак

Кафедра хімічної технології неорганічних речовин, каталізу та екології

ВСТУП

При проведенні більшості аналітичних досліджень спочатку проводять якісний, а потім кількісний аналіз об'єкта, що аналізується, при цьому широко використовують різні методи визначення.

За характером властивості, що вимірюється, або за способом реєстрації відповідного сигналу методи визначення поділяються на хімічні, фізичні та біологічні. Фізичні і фізико-хімічні методи часто об'єднують у групу інструментальних методів, так як вони вимагають використання спеціальної вимірювальної апаратури.

Загальна кількість інструментальних методів досить велика, але найбільше значення мають спектроскопічні (оптичні), електрохімічні, хроматографічні методи. Хімічні та інструментальні методи взаємно доповнюють один одного.

До переваг сучасних інструментальних методів слід віднести високу чутливість і швидкість виконання аналізу, можливість одночасного визначення декількох показників, можливість роботи в автоматичному режимі за відсутності оператора. Недоліки зводяться до наступного: складне і дороге обладнання та витратні матеріали, необхідність у кваліфікованому персоналі, низька відтворюваність результатів.

Методичні вказівки містять відомості про основні хімічні та інструментальні методи аналізу, а також конкретні методики проведення аналітичних досліджень з визначення якісного і кількісного складів як чистих хімічних сполук, так і природних об'єктів та дають можливість ознайомитись з принципом роботи фотоелектроколориметра, потенціометра, кондуктометра та іншого обладнання.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ІНДИКАТОРИ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

Мета роботи: ознайомлення та засвоєння методів кислотно-основного титрування за допомогою індикаторів.

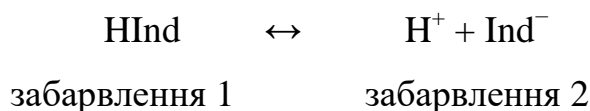
Обладнання та реактиви: рН-метр, склянки хімічні, піпетка, бюретка.
Набір індикаторів: фенолфталеїн, метиловий оранжевий, метиловий червоний.
Розчини: 0,1 н розчин NaOH і 0,1 н розчин HCl.

Теоретична частина.

Індикатори - це складні органічні кислоти або гідроксиди, при дисоціації яких відбувається зміна структури їх молекул, тобто поява або зникнення хромофорних груп.

Область значень рН, в якій індикатор змінює своє забарвлення, називається інтервалом переходу індикатора. Замість інтервалу переходу забарвлення індикатора користуються також *показником титрування індикатора* (рТ) – це оптимальне значення рН розчину, що титрується, при якому спостерігається найбільш різка зміна забарвлення індикатора, що свідчить про закінчення титрування.

Практично індикатори почали застосовувати ще давно, але перша спроба в поясненні їх дії була зроблена в 1894 році Оствальдом, який створив так звану іонну теорію. Відповідно до цієї теорії індикатори мають різне забарвлення в молекулярному та іонному станах.



Інтервали переходу деяких індикаторів наведено в таблиці 1.

Групи атомів, які містять одну або декілька кратних зв'язків, що викликають виборче поглинання електромагнітних коливань в УФ області, називаються хромофорами.

Таблиця 1 – Кислотно-основні індикатори

Індикатор	Область переходу pH	Забарвлення розчину	
		до інтервалу переходу	після інтервалу переходу
Метилловий оранжевий	3,1-4,4	Червоний	Жовтий
Фенолфталеїн	8,0-10,0	Безкольоровий	Малиновий
Метилловий фіолетовий	0,13-0,5	Жовтий	Зелений
	1,0-1,5	Зелений	Синій
	2,0-3,0	Синій	Фіолетовий
Бромфеноловий червоний	5,0-6,8	Жовтий	Червоний

Згідно хромофорної теорії, зміна забарвлення індикаторів пов'язана з оборотним перегрупуванням атомів в молекулі органічної сполуки. Таке оборотне перегрупування в органічній хімії називається таутомерією. Якщо в результаті таутомерної зміни будови в молекулі органічної сполуки з'являються особливі угруповування, хромофори, то органічна речовина набуває забарвлення. Коли таутомерне перетворення веде до зміни будови хромофора – забарвлення змінюється; якщо ж після перегрупування молекула не містить більш хромофора – забарвлення зникає. У ролі хромофорних груп можуть виступати угруповування атомів і зв'язків, як $-N=N-$, $=C=S$, $-N=O$, хіноїдної структури і т.і.

Порядок виконання роботи:

1. Визначення забарвлення індикатора та рН переходу при титруванні кислоти лугом.

В хімічний стакан налити 20 мл 0,1 н розчину HCl. За допомогою рН-метру визначити рН розчину. У сильну кислоту додати кілька крапель індикатора (метилового червоного, метилового оранжевого або фенолфталеїну) визначити колір індикатора, результат занести в таблицю 2. Обережно з бюретки по краплях додати 0,1 н розчин NaOH до зміни забарвлення розчину. За допомогою рН-метру визначити рН розчину. Дані занести в таблицю 2.

2. Визначення забарвлення індикатора та рН переходу при титруванні лугу кислотою.

В хімічний стакан налити 20 мл 0,1 н розчину NaOH. За допомогою рН-метру визначити рН розчину. У сильний луг додати кілька крапель індикатора (метилового червоного або метилового оранжевого або фенолфталеїну), визначити колір індикатора, результат занести в таблицю. Обережно з бюретки по краплях додати 0,1 н розчин HCl до зміни кольору розчину. Титрування зупинити. За допомогою рН-метру виміряти рН розчину. Дані занести в таблицю 2.

Таблиця 2 – Експериментальні дані

Найменування індикатора	рН ₁	рН ₂	Інтервал переходу рН ₁ – рН ₂	Точка переходу (рН ₁ + рН ₂)/2	Забарвлення індикатора	
					рН<7	рН>7

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

ВИЗНАЧЕННЯ pH КИСЛОТНИХ ОПАДІВ

Мета роботи: ознайомлення з методикою визначення pH кислотних опадів.

Обладнання та реактиви: pH-метр, колби конічні, стакан хімічний, циліндр мірний, бюретка. Індикатор фенолфталеїн. Розчини: 0,1 н розчин КОН.

Теоретична частина.

Для охорони довкілля має велике значення вирішення проблеми кислотних опадів. Кислотними називаються будь-які опади - дощі, тумани, сніг кислотність яких підвищена. Кислотні опади обумовлені присутністю сірчаної (H_2SO_4) і нітратної (HNO_3) кислот. Кислотними називають опади з pH 5,5 і нижче.

Основними джерелами утворення окисдів сірки є металургійна промисловість (переробка сульфідних руд міді, свинцю і цинку), а також підприємства з виробництва сірчаної кислоти та переробки нафти. Забруднення атмосфери оксидами азоту в цілому порівняно незначне. Однак в районах з розвиненою хімічною промисловістю є локальні зони підвищеного їх вмісту в повітрі. Мірою кислотності води є концентрація іонів водню $[\text{H}^+]$, виражена в моль/л. У пробі чистої води концентрації $[\text{H}^+]$ і $[\text{OH}^-]$ рівні між собою і ці величини при 25 °C складають 10^{-7} моль/л. Зазвичай кислотність розчину виражають іншим способом. Замість концентрації іонів гідрогену вказують її негативний десятковий логарифм. Ця величина називається водневим показником і позначається $\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]$. Так як $-\lg 10^{-7} = 7$, тоді, $\text{pH}=7$ характеризує нейтральні розчини.

У кислому середовищі концентрація $[\text{H}^+]$ більше $[\text{OH}^-]$, а в лужних, навпаки, концентрація гідроксид-іонів більше, ніж іонів гідрогену:

$[\text{H}^+] > [\text{OH}^-]$, $[\text{H}^+] > 10^{-7}$, $\text{pH} < 7$ - кисле середовище

$[\text{H}^+] < [\text{OH}^-]$, $[\text{H}^+] < 10^{-7}$, $\text{pH} > 7$ - лужне середовище

$[H^+] = [OH^-]$, $[H^+] = 10^{-7}$, $pH = 7$ - нейтральне середовище

Значення pH середовищ є надзвичайно важливим для діяльності практично всіх ферментів, гормонів в організмі, що регулюють метаболізм, ріст і розвиток. В прісноводних озерах, струмках і ставках pH води зазвичай складає 6-7. Кислотні дощі негативно впливають не тільки на тварин, але і на рослини. При поглинанні ґрунтами кислотний дощ вилугує солі калію, кальцію, магнію і переносить їх в шар підґрунтя чим позбавляє рослини необхідних їм поживних речовин. Для попередження небезпечного впливу кислотних опадів на екосистеми і споруди необхідно прагнути до зниження викидів до атмосфери оксидів сірки та азоту.

Порядок виконання роботи:

У конічну колбу мірним циліндром відібрати 25 мл кислотних опадів певного зразка. У бюретку, закріплену в штативі, налити титрант КОН і довести його об'єм до нульової позначки, попередньо заповнивши носик бюретки. У кожену колбу додати 3-4 краплі індикатора фенолфталеїну і титрувати розчином КОН до переходу забарвлення від безбарвного до слабо-рожевого, яке не зникає протягом 20 с. Результати титрування занести до журналу, знайти середнє арифметичне з трьох визначень і отриманий результат підставити до формули:

$$[H^+] = \frac{V_{\text{KOH}} \cdot C_{\text{KOH}}}{V}, \quad (1)$$

де V_{KOH} – об'єм розчину КОН з молярною концентрацією 0,1 моль/дм³, витраченого на титрування, см³; C_{KOH} – концентрація КОН, 0,1н; V – об'єм кислотних опадів взятих на аналіз, см³.

Розрахувати значення pH за формулою:

$$pH = -\lg [H^+] \quad (2)$$

Отримані результати pH порівняти зі шкалою та зробити висновок.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

**ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ХРОМУ (VI) КОЛОРИМЕТРИЧНИМ
МЕТОДОМ У РОЗЧИНАХ**

Мета роботи: оволодіння методом визначення концентрації хрому (VI) в розчині за допомогою фотоелектроколориметра.

Обладнання та реактиви: фотоелектроколориметр КФК-2, колби мірні ємністю 50 см³; колба мірна ємністю 100 см³; циліндри мірні; піпетки; бюретка. Розчини: стандартний розчин біхромату калію, що відповідає 0,01 мг/см³ хрому; дифенілкарбазид 0,25 % - вий спиртовий розчин (1:1) масовою концентрацією 0,25 г/л; сірчана кислота концентрацією 3 моль/л.

Теоретична частина.

Залежно від апаратури, що використовується, розрізняють спектрофотометричний метод, заснований на поглинанні монохроматичного світла, і фотоколориметричний метод, заснований на поглинанні поліхроматичного світла. У фотоколориметрії використовують видиме світло, що дає можливість аналізувати забарвлені розчини. В спектрофотометрії можна аналізувати забарвлені і незабарвлені розчини при роботі в ультрафіолетовій області спектра. Принцип роботи фотоелектроколориметра серії КФК можна пояснити за допомогою оптичної схеми, що наведена на рис. 1.

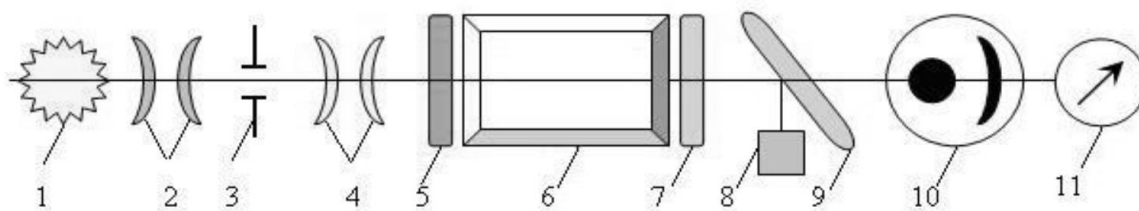


Рис. 1. Оптична схема фотоелектроколориметру: 1 – джерело світла; 2 – конденсор; 3 – діафрагма; 4 – лінзи об’єктиву; 5 – світлофільтр; 6 – кювета; 7 – захисне скло; 8 – фотодіод; 9 – пластина; 10 – фотоелемент; 11 – гальванометр.

Світловий потік, що надходить від джерела світла 1, проходить послідовно крізь конденсор 2, діафрагму 3, лінзи об'єктива 4, світлофільтр 5 і потім потрапляє в кюветне відділення. Проходячи крізь кювету 6 з розчином, частина світлового потоку поглинається забарвленим розчином, частина відбивається від зовнішньої сторони стінок кювети і, таким чином, на виході з кювети інтенсивність світлового потоку зменшується. Далі світловий потік надходить крізь захисне скло 7 на пластину 9, яка спрямовує його на фотоелемент 10 при роботі з довжинами хвиль 315 - 540 нм або на фотодіод 8 при роботі з довжинами хвиль 590 - 980 нм. Зміна інтенсивності світлового потоку викликає пропорційну зміну сили струму, яка реєструється гальванометром (або мікроамперметром).

Порядок виконання роботи:

У мірні колби ємністю 50 см³ внести 1; 2, 3, 4 і 5 см³ стандартного розчину біхромату калію, що відповідає 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг хрому, додати по 20 см³ дистильованої води та перемішати. Потім до кожної колби додати 2 см³ розчину сірчаної кислоти з концентрацією 3 моль/л, перемішати, додати 1 см³ розчину дифенілкарбазиду та довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Через 20 хвилин виміряти оптичну густину розчину при $\lambda = 490-590$ нм у кюветі товщиною 2 см відносно холостої проби. Холоста проба готується наступним чином: у мірну колбу ємністю 50 см³ помістити 20 см³ дистильованої води, додати 2 см³ розчину сірчаної кислоти концентрацією 3 моль/л, перемішати, додати 1 см³ розчину дифенілкарбазиду, довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою.

Обробка результатів.

За отриманими значеннями побудувати калібрувальний графік, відкладаючи на осі абсцис вміст хрому в міліграмах, на осі ординат - відповідні величини оптичної густини. Графік повинен мати прямолінійний характер. Із калібрувального графіка знайти кількість хрому (VI) у пробі (мг). За отриманими даними зробити висновок.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НІТРАТІВ У ОВОЧАХ ТА ФРУКТАХ

Мета роботи: Визначення концентрації нітратів у пробі рослинного походження з використанням саліцилату натрію.

Обладнання та реактиви: фотоелектроколориметр КФК-2, колби мірні, циліндр, бюретка, чаша фарфорова. Розчини: стандартний розчин нітрат -іонів, 0,01 мг/мл; розчин тартрату калію-натрію (сегнетової солі) з масовою концентрацією 300 г/л; розчин саліцилату натрію з масовою концентрацією 5 г/л; розчин гідроксиду натрію з масовою концентрацією 400 г/л.

Теоретична частина.

Нітрати – це солі нітратної кислоти, які можуть накопичуватися в продуктах і воді при надмірному вмісті в ґрунті нітратних добрив, а також випадінні кислотних дощів. Антропогенні джерела нітратів поділяються на аграрні (мінеральні та органічні добрива, тваринництво), індустриальні (відходи промислового виробництва і стічні води) і комунально-побутові. Роль кожного з цих джерел в окремих країнах, регіонах неоднакова та залежить від природних умов, інтенсивності їх розвитку і масштабів виробництва, ступеня концентрації точкових джерел нітратів та інших факторів.

Вміст нітратного азоту в овочах збільшується при незбалансованості мінерального живлення, при внесенні великих доз нітратних добрив навесні і при проведенні пізньої підгодівлі азотом. У процесі зберігання і переробки продукції кількість нітратів, як правило, дещо знижується, проте при порушенні режимів зберігання їх зміст може зростати досить істотно. У глибоко заморожених овочах накопичення нітратного азоту не відбувається. Однак при розморожуванні відбувається підвищення вмісту нітратів. Існує декілька методів визначення концентрації нітратів. Основним методом є фотометричний метод. Сутність його полягає у визначенні концентрації

нітратів при взаємодії їх із саліциловою кислотою, що забарвлює розчин в жовтий колір з наступним фотометричним визначенням та розрахунком масової концентрації нітратів в пробі.

Порядок виконання роботи:

1. *Приготування робочого розчину нітрат-іонів масовою концентрацією 0,01 мг/см³*

Для приготування 100 см³ робочого розчину до мірної колби ємністю 100 см³ внести 1 см³ водного розчину нітрат-іонів заданої концентрації та довести об'єм розчину у колбі до мітки дистильованою водою.

2. *Приготування розчину тартрату калію-натрію з масовою концентрацією 300 г/л*

До мірної колби ємністю 100 см³ внести 30 г тартрату калію-натрію та додати 70 см³ дистильованої води.

3. *Приготування розчину саліцилату натрію з масовою концентрацією 5 г/л*

До мірної колби ємністю 100 см³ внести 0,5 г саліцилату натрію та додати 100 см³ дистильованої води. Розчин готують в день використання.

4. *Приготування розчину гідроксиду натрію з масовою концентрацією 400 г/л*

В фарфоровому стакані ємністю 1000 см³ обережно при перемішуванні розчепити порціями 400 г гідроксиду натрію в 600 см³ дистильованої води, охолодити. Термін зберігання розчину в ємності із полімерних матеріалів не більше 1 року.

5. *Приготування калібрувальних розчинів*

У фарфорові чашки внести 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³, що відповідає 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06 мг NO₃⁻ робочого розчину нітрат-іонів, додати дистильованої води до об'єму 10 см³, долити 1 см³ розчину саліцилату натрію та випарити на водяній бані досуха. Після охолодження сухого залишку в кожен чашку додати 1 см³ концентрованої сірчаної кислоти, ретельно

розтерти його скляною паличкою та залишити на 10 хвилин, потім до кожної чашки додати 5-10 см³ дистильованої води та кількісно перенести до мірних колб ємністю 50 см³, додати до кожної колби по 7 см³ розчину гідроксиду натрію, довести об'єм дистильованою водою до мітки та ретельно перемішати. Через 20 хвилин виміряти оптичну густину розчину при $\lambda = 400$ нм у кюветі товщиною 2 см відносно холостої проби. Холоста проба готується наступним чином: 1 см³ розчину саліцилату натрію випарити на водяній бані досуха. Після охолодження сухого залишку в чашку додати 1 см³ концентрованої сірчаної кислоти, ретельно розтерти його скляною паличкою та залишити на 10 хвилин, потім до чашки додати 5-10 см³ дистильованої води та кількісно перенести до мірної колби ємністю 50 см³, додати 7 см³ розчину гідроксиду натрію, довести об'єм дистильованою водою до мітки та ретельно перемішати.

6. Проведення аналізу проби

10 см³ соку овочів або фруктів внести до фарфорової чаші, додають 1 см³ розчину саліцилату натрію, поставити на водяну баню та нагріти до утворення сухого осаду. Для усунення впливу кольоровості проби на результат аналізу додатково приготувати зразки без додавання саліцилату натрію. Після охолодження до сухого осаду додати 1 см³ концентрованої сірчаної кислоти та ретельно розтерти скляною паличкою. Потім додати невеликими порціями дистильовану воду у фарфорову чашу та перенести вміст до мірної колби ємністю 50 см³, додати 7 см³ розчину гідроксиду натрію та довести до мітки дистильованою водою.

Обробка результатів. Побудувати калібрувальний графік залежності оптичної густини розчинів від кількості нітратів, відкладаючи на осі абсцис кількість нітратів (мг), а на осі ординат – значення оптичної густини. Графік повинен мати прямолінійний характер. Значення оптичної густини для визначення вмісту нітратів розрахувати як різницю між оптичними густинами для проби з додаванням саліциловокислого натрію та проби без реагента, відносно холостої проби.

ВСТАНОВЛЕННЯ ПРИРОДИ МІНЕРАЛЬНОЇ СИРОВИНИ ЗА ДОПОМОГОЮ МІКРОХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ

Мета роботи: ознайомлення та опанування деяких методів виявлення хімічних сполук у природній мінеральній сировині за допомогою мікрохімічного аналізу.

Обладнання та реактиви: мікроскоп, освітлювач, предметне скло, мікрокапіляр. Розчини: розчин нітратної кислоти (1:2); розчин йодиду калію з масовою концентрацією 50 г/л; розчин сірчаної кислоти з масовою концентрацією 50 г/л, розчин сульфиду натрію з масовою концентрацією 50 г/л.

Теоретична частина.

Мікрохімічний аналіз - сукупність методів і прийомів хімічного аналізу, що використовуються при аналізі проб масою 10^{-3} - 10^{-2} г для твердого зразка або об'ємом 0,1 - 1 см³ для розчину або газу. В основу мікрохімічного аналізу покладені різні методи, що дозволяють визначати в малому зразку не тільки основні компоненти, а й елементи - домішки.

У якісному мікрохімічному аналізі компоненти ідентифікують за реакціями на фільтрувальному папері або в краплі розчину за зміною забарвлення або утворення осаду.

У кількісному мікрохімічному аналізі використовують ті ж методи, що і для мікрохімічного аналізу, наприклад простий і досить універсальний метод - титриметрія (похибка вимірювання об'єму титранту до $1 \cdot 10^{-3}$ см³). Кінцеву точку титрування зазвичай встановлюють електрохімічним або фотометричним методом. У елементному мікроаналізі органічних речовин, який має особливо велике значення, широко використовують гравіметрію (похибка зважування до 10^{-6} г).

Сучасні методи мікрохімічного аналізу дозволяють в одній мікропробі або на поверхні твердого тіла визначати більше 50 - 60 елементів. Для аналізу

проб масою близько 10^{-9} г або об'ємом 10^{-3} см³ було розроблено ультрамікрохімічний аналіз, в якому всі операції виконують на предметному столику мікроскопа в капілярних посудинах за допомогою мікроманіпуляторів.

Одним із способів спостереження за реакціями, які перебігають в якісному мікрохімічному аналізі, є світлова мікроскопія.

В світловій мікроскопії промені світла від мікрооб'єкту, проходячи крізь систему збірних лінз - об'єктив і окуляр, дають відповідно до законів оптики збільшене зображення зразка, що досліджується. Пучок світла, що проходить через досліджуваний зразок або відбитий від нього, змінює одну або кілька характеристик (довжину хвилі, інтенсивність, фазу або площину поляризації), що супроводжується різними оптичними ефектами: поглинанням, відбиттям, заломленням, дифракцією, інтерференцією, дисперсією, люмінесценцією та іншими, які в сукупності і складають зображення. В даний час світлова мікроскопія - це цілий комплекс методів, які використовують різні оптичні ефекти. Наявність тих чи інших оптичних ефектів, крім інших факторів, залежить від способу освітлення: розрізняють мікроскопію відбитого і прохідного світла. У першому випадку пучок світла падає перпендикулярно або похило на поверхню мікрооб'єкту, а зображення його компонентів будується за рахунок променів, відбитих поверхнею; у другому - мікрооб'єкт поміщається в пучок світла, так що зображення його компонентів будується за рахунок променів, які пройшли через весь обсяг мікрооб'єкту.

Мікроскоп МБС-10, призначений для спостереження як об'ємних предметів, так і тонких плівкових та прозорих об'єктів. Спостереження може проводитися як при штучному, так і при природному освітленні, відбитому та прохідному світлі. Загальний вигляд мікроскопу наведений на рис. 2.

Порядок виконання роботи:

1. Підготувати мікроскоп до роботи для цього: сфокусувати мікроскоп на об'єкт, обертаючи рукоятку 22 (рис. 2). Встановити міжзіничну відстань приладу відповідно до бази очей спостерігача, обертаючи рукоятку 6. При

роботі на великих збільшеннях слід користуватися рукояткою регулювання ходу 23 при фокусуванні на об'єкт. Вибрати положення освітлювача, обертаючи його щодо об'єктива разом з кронштейном і підбираючи зручний кут нахилу.

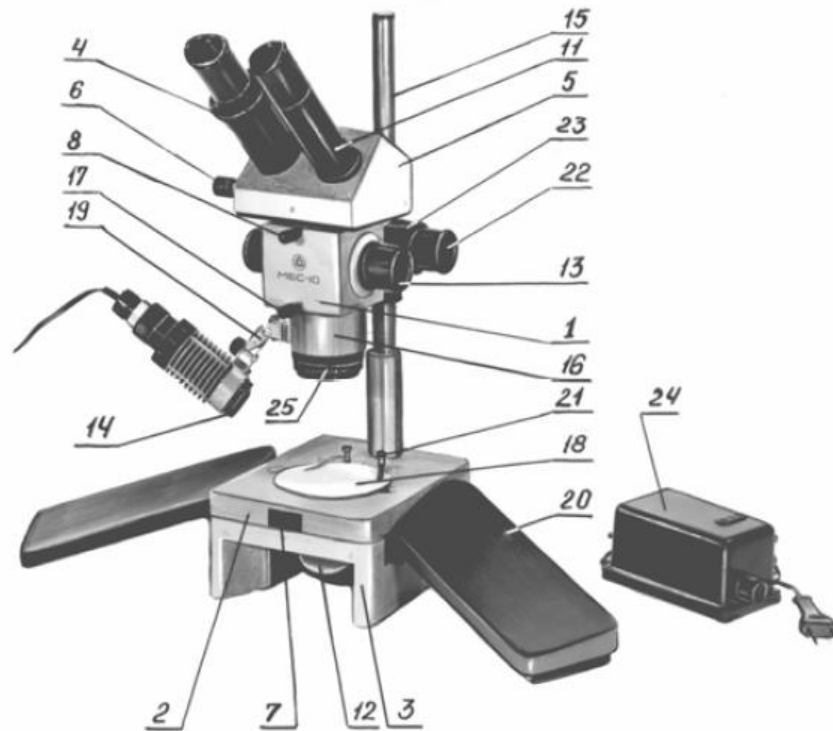


Рис. 2. Загальний вигляд мікроскопу: 1 – корпус з барабаном; 2 – столик для роботи у відбитому світлі; 3 – столик для роботи у прохідному світлі; 4 – кільце діоптрійної наводки; 5 – бінокулярна насадка; 6 – рукоятка механізму зміни міжзіничної відстані; 7 – фіксатор столика; 8, 17 – гвинти, що фіксують бінокулярну насадку і об'єктив; 9 – пластина; 10 – фотоелемент; 11 – окулярна трубка; 12 – дзеркало і матова пластина в оправі; 13 – рукоятка перемикання збільшень; 14 – світлофільтр; 15 – стійка; 16 – об'єктив; 18 – предметне скло; 19 – кронштейн; 20 – підлокітники; 21 – притиск; 22 – рукоятка фокусування; 23 – рукоятка регулювання ходу; 24 – блок живлення; 25 – кільце.

2. Отримати у викладача зразки для мікрохімічного аналізу. Перенести досліджуваний матеріал на предметне скло. Додати до зразка, що

досліджується, краплю нітратної кислоти (1:2) Записати явище, що спостерігається до лабораторного журналу.

3. Використовуючи схему аналізу, наведену в таблиці 3, ідентифікувати запропоновані речовини.

4. При необхідності провести якісний аналіз на елементи. Для цього до зразку при перевірці на Ca^{2+} додати краплю розчину сірчаної кислоти, в результаті чого утворюються характерні кристали гіпсу у вигляді пучків голок. При перевірці на Pb^{2+} додають краплю розчину KI, в результаті чого утворюються характерні яскраво-жовті кристали PbI_2 . При перевірці на Zn^{2+} додають краплю розчину сульфиду натрію, в результаті чого ZnS випадає в осад з утворенням кристалів. Зробити висновок по проведеній роботі.

Таблиця 3 – Схема мікрохімічного аналізу

Обробка розчином нітратної кислоти (1:2)					
Розчиняється з утворенням пухирців газу (CO_2)		Розчиняється без утворення газу		Частково розчиняється	Не розчиняється
		На холоді	При нагріванні		
Свинцеві білила, перевірка реакціями на Pb^{2+}	Крейда, перевірка реакціями на Ca^{2+}	Цинкові білила, перевірка реакціями на Zn^{2+}	Гіпс, перевірка реакціями на Ca^{2+}	Ліпотон (утворюється H_2S), перевірка реакціями на Zn^{2+}	Титанові білила

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

АНАЛІЗ ГАЗОВИХ СУМІШЕЙ ТА ЇХ УТИЛІЗАЦІЯ

Мета роботи: оволодіння стандартними методами визначення якісного складу газової суміші, отримання газів та їх утилізації.

Обладнання та реактиви: склянки хімічні, колби мірні, піпетка, бюретка, папір реакційний. Індикатор фенолфталеїн. Реактиви: KMnO_4 , FeS , NH_4Cl , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Na_2S , стружка мідна. Розчини: соляної кислоти, нітратної кислоти, сірчаної кислоти, тіосульфату натрію, фосфату калію, солі свинцю, аміачна вода.

Теоретична частина.

Промислові виробництва – джерело різного типу забруднень довкілля. Вид, кількість та склад забруднень визначаються виробничим процесом, сировиною, що використовується, матеріалами та масштабами виробництва.

В хімічних виробництвах атмосферне повітря забруднюється оксидом вуглецю, оксидами азоту, сірководнем, аміаком, хлором, ціанідами, сірчастим ангідридом, фтормісними речовинами та іншими сполуками. Для зниження вмісту шкідливих речовин удосконалюють технологічні процеси, здійснюють герметизацію технологічного обладнання, будують очисні споруди.

Контроль за вмістом шкідливих речовин в атмосферному повітрі дозволяє оцінити ефективність роботи очистного обладнання, передбачає необхідний ступінь очищення та удосконалення технології виробництва для зниження концентрації шкідливих речовин у викидних газах.

Для успішного здійснення контролю стану навколишнього середовища використовують як класичні методи хімічного аналізу, так і сучасні методи інструментального аналізу. Аналіз газового стану атмосферного повітря у приміщеннях хімічних виробництв проводять за допомогою газоаналізаторів, які дозволяють здійснювати миттєвий та безперервний контроль вмісту в ньому шкідливих домішок.

Порядок виконання роботи:

1. Органолептичний метод аналізу газових сумішей.

Органолептичний метод аналізу газових сумішей оснований на визначенні домішок за кольором та запахом, що дає приблизну уяву про склад суміші. Запах та колір деяких газів наведено у таблиці 4.

Таблиця 4 – Органолептичні характеристики газів

Найменування газу	Колір	Запах
Фтор	Блідо-жовтий	Різкий, подразнюючий
Хлор	Жовто-зелений	Різкий, характерний
Оксид азоту (IV)	Бурий	Різкий, характерний
Аміак	Безкольоровий	Різкий, характерний
Сірководень	Безкольоровий	Запах тухлого яйця
Оксид сірки (IV)	Безкольоровий	Запах горілої сірки

Уважно роздивитися колір газової суміші. Користуючись таблицею 4 зробити висновок про можливість присутності в суміші того аба іншого газу.

2. Якісний аналіз газової суміші

Якісний аналіз газової суміші можна провести за допомогою фільтрувального паперу, який просочений відповідним реактивом, так званий реактивний папір. Реактивний папір має визначений колір в присутності деяких газів (див. табл. 5). Користуючись таблицею 5 визначити які гази можуть бути присутні в суміші, що досліджується.

3. Утилізація оксиду сірки(IV)

Для очищення газів, що містять оксиду сірки (IV), використовують хемосорбційні методи. До пробірки насипати кристали сульфїту натрію, додати 6-8 крапель розчину сірчаної кислоти з концентрацією 4 моль·екв/л та швидко закрити корком з газовідвідною трубкою. Газ, що виділяється, направити почерзі в дві пробірки з водою та аміачною водою. До пробірки з водою додати

нейтральний розчин лакмусу, а в пробірку з аміачною водою – розчин фенолфталеїну. Провести спостереження за зміною кольору лакмусу та фенолфталеїну.

Таблиця 5 – Зміна кольору реактивного паперу

Папір	Газ	Зміна кольору
Красний лакмусовий	NH_3	Синіє
	NO , HCl , H_2S , SO_2 , CO_2 , SiF_4	Не змінює колір
Синій лакмусовий	NH_3	Не змінює колір
	NO , HCl , H_2S , SO_2 , CO_2 , SiF_4	Червоніє
Красний та синій лакмусовий	Cl_2	Стає безкольоровим
Йодокрохмальний	NO , NO_2 , Cl_2	Синіє
Пропитаний розчином ацетату свинцю	H_2S	Чорніє

4. Утилізація сірководню фосфатним методом.

Для абсорбції сірководню фосфатним методом використовують розчині, що містять 40-50 % фосфату калію. До пробірки помістити дрібні кристали сульфіді заліза та додати 8-10 крапель концентрованої хлоридної кислоти. Закрити пробірку пробкою з газовідводною трубкою, спрямувати газ до пробірки розчином фосфату калію з масовою концентрацією 400 г/л. Після закінчення реакції перевірити вміст сірководню в повітрі пробірки, проводячи якісну реакцію на сірководень. Записати спостереження.

ЗВІТ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ ПОВИНЕН МІСТИТИ:

- 1) мету лабораторної роботи;
- 2) перелік хімічних речовин та розчинів, які необхідні для виконання лабораторної роботи;
- 3) перелік необхідного лабораторного обладнання;
- 4) стислий опис методики експерименту лабораторної роботи та розрахункові формули;
- 5) розрахунок результатів та зведення у таблицю одержаних результатів;
- 6) обґрунтований висновок.

ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Дайте поняття індикатор кислотно-основного титрування.
2. Які вимоги ставляться до індикаторів і як підбирають індикатор для титрування?
3. Перерахуйте основні методи фотометрії. Що у них спільного і чим вони відрізняються?
4. Від яких чинників залежить оптична густина розчинів та як називається величина, зворотна оптичній густині?
5. Як правильно підібрати довжину хвилі світла для фотометричних визначень?
6. Чому необхідно контролювати вміст нітратів в овочах та фруктах? Яке значення ГДК нітратів у продуктах?
7. Які методи зниження вмісту нітратів в продуктах рослинництва Ви знаєте?
8. Що таке кислотні дощі? Охарактеризуйте основні чинники утворення кислотних дощів.
9. Дайте поняття мікрохімічний аналіз та де його використовують?

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа / Г. Юинг. - М.: Мир, 1989. - 608 с.
2. Беляева Т.В. Аналитическая химия ч.2. Физико-химические методы анализа / Т.В. Беляева. - Пб., СЗТУ, 2002. – 100 с.
3. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования. Учебник / В. И. Лебухов. - СПб.: Лань, 2012. - 480 с.
4. Булатов М.И. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа./ М.И. Булатов, И.П. Калинин. - Л.: Химия, 1986. - 378 с.
5. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О.М. Петрухина. - М.: Химия, 1987. - 245 с.
6. Алимарин И.П. Количественный микрохимический анализ минералов и руд / И.П. Алимарин, Б.И. Фрид. - М., 1961. – 400 с.
7. Алимарин И.П. Качественный и количественный ультрамикрохимический анализ / И.П. Алимарин, М.Н. Петрикова. - М., 1974. – 191 с.
8. ПНД Ф 14.1:2.4–95. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрат-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с салициловой кислотой (с Изм. №1 от 2004–03–03). ГУАК Минприроды РФ, 1995. 10 с.
9. Емченко С. В. Методы определения нитратов и нитритов в пищевых продуктах [Текст] : научное издание / С. В. Емченко, О. И. Цыганенко // Анал. обз. Сер. Экол. - 1993. - N 27. - С. 95-115.

ЗМІСТ

Вступ.....	3
Лабораторна робота 1 Індикатори кислотно-основного титрування.....	4
Лабораторна робота 2 Визначення рН кислотних опадів.....	7
Лабораторна робота 3 Визначення вмісту хрому (VI) колориметричним методом у розчинах	9
Лабораторна робота 4 Фотометричний метод визначення вмісту нітратів у овочах та фруктах.....	11
Лабораторна робота 5 Встановлення природи мінеральної сировини за допомогою мікрохімічного аналізу	14
Лабораторна робота 6 Аналіз газових сумішей та їх утилізація.....	18
Питання для самоконтролю.....	21
Список використаних джерел.....	22

Навчальне видання

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Спеціальні методи аналізу у технології неорганічних речовин» для студентів
спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» усіх форм навчання

Укладачі: АВІНА Світлана Іванівна

ДЕЙНЕКА Дмитро Миколайович

КОБЗЄВ Олександр Вікторович

Відповідальний за випуск доц. Кобзєв О.В.

Роботу до видання рекомендував проф. Пітак Я.М.

В авторській редакції

План 2019 р., поз. 76

Підп. до друку 08.02.2019 р. Формат 60x84 1/16. Папір офсетний.

Друк – ризографія. Гарнітура Times New Roman. Ум. арк. 1,1

Наклад 20 прим. Зам. № Ціна договірна.

Видавничий центр НТУ „ХП”.

Свідоцтво про державну реєстрацію ДК №5478 від 21.08.2017 р.
61002, Харків, вул. Кирпичова, 2
